

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年2月22日 (22.02.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/12358 A1

(51) 国際特許分類: B21J 5/00, C22F 1/18, C23C 14/34

(72) 発明者; および

(21) 国際出願番号: PCT/JP00/05383

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 有本伸弘 (ARIMOTO, Nobuhiro) [JP/JP]. 小笠原忠司 (OGA-SAWARA, Tadashi) [JP/JP]. 上村 功 (UEMURA, Isao) [JP/JP]. 三谷洋司 (MITANI, Youji) [JP/JP]. 大西 隆 (OONISHI, Takashi) [JP/JP]; 〒660-8533 兵庫県尼崎市東浜町1番地 株式会社住友シチックス尼崎内 Hyogo (JP).

(22) 国際出願日: 2000年8月10日 (10.08.2000)

日本語

(74) 代理人: 森 道雄, 外 (MORI, Michio et al); 〒660-0892 兵庫県尼崎市東難波町五丁目17番23号 住友生産尼崎ビル 穂上特許事務所 Hyogo (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

日本語

(81) 指定国(国内): JP, US.

(26) 国際公開の言語: 日本語

(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(30) 優先権データ:
特願平11/230113 1999年8月16日 (16.08.1999) JP

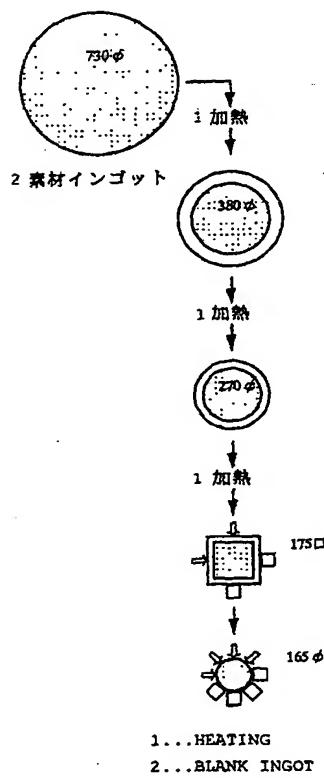
(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 住友シチックス尼崎 (SUMITOMO SITIX OF AMAGASAKI, INC.) [JP/JP]; 〒660-8533 兵庫県尼崎市東浜町1番地 Hyogo (JP).

[続葉有]

(54) Title: TITANIUM MATERIAL SUPERIOR IN UPSET-FORGEABILITY AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: 据え込み鍛造性に優れるチタン材およびその製造方法

(57) Abstract: In finish-cogging a high-purity titanium material into a cylindrical form as the final shape, if cylindrical cogging is performed in all stages of hot forging or if cylindrical cogging is performed in the initial stage of the hot forging, there is no need of peripherally restricting the cylindrical cogging material, so that even if longitudinal upset-forging is effected with an upsetting ratio of 2, the condition that the major diameter/minor diameter ratio of the section after forging is not more than 1.01 can be satisfied, developing superior upset-forgeability. This makes it possible, in producing disk-like targets for sputtering, to minimize cutting loss produced during the rolling and machining and to maximize the yield of products; therefore, the material can be widely used as a semiconductor material for electrodes and the like using a high-purity titanium material.



WO 01/12358 A1

[続葉有]



添付公開書類:
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

高純度チタンを最終形状として円柱状に仕上鍛伸する際に、温間鍛造の全段階で円柱鍛伸を実施するか、または前記温間鍛造の初期段階で円柱鍛伸を実施することによって、円柱鍛伸材を周囲方向に何ら拘束することなく、長さ方向に据え込み鍛造を据え込み比2で行った場合でも、鍛造後の断面の長径／短径比が1.10以下の条件を満足し、優れた据え込み鍛造性を発揮することができる。これにより、円盤形状のスパッタ用ターゲットを製造する場合に、圧延および機械加工時の切削ロスを著しく低減し、製品歩留まりを大幅に向上させることができるので、高純度チタン材による電極材料等の半導体材料として広範囲に利用することができる。

明 紹 書

据え込み鍛造性に優れるチタン材およびその製造方法

技術分野

5 本発明は、スパッタリング用ターゲット、その他各種加工品などに用
いられる、据え込み鍛造性に優れるチタン材とその製造方法に関する。
さらに詳しくは、均一な鍛造加工組織を有することから、円柱状鍛伸材
を周方向に何ら拘束することなく、長さ方向に圧縮した据え込み鍛造後
の断面形状が、限りなく円形に近似する特性を備えるチタン材およびそ
10 の製造方法に関するものである。

背景技術

従来から、金属チタン材は優れた比強度、さらに高耐食性等の優れた
特性から構造材料として広い分野で用いられている。特に、最近において
15 高集積化の進歩が著しい半導体分野では、微細パターン加工の要請に
ともない、高純度チタン材が具備する低抵抗特性、高強度特性、若しくは
窒化チタンのバリヤ特性等が要因となって、高純度チタン材の使用量
が急速に増加している。

通常、高純度チタン材を電極材料等の半導体材料として適用する場合
20 には、スパッタリング用ターゲットとして使用されるが、このときの純
度はガス不純物を除いて 99.98% 以上の材料が要求される。

スパッタリング用ターゲットを製作する際には、良好なスパッタリン
グ特性を確保するとともに、加工歩留まりを向上させるために、鍛造用
素材を円柱状に鍛伸したのち、据え込み鍛造や対称軸圧延が施されてい
25 る。具体的には、高純度で溶解されたチタンインゴット（例えば、
730mm ϕ ）を素材として、複数回の円柱鍛伸の工程を繰り返し、所定の仕
上外径（例えば、165mm ϕ ）まで鍛伸する。その後、所定の長さに切り出

して、鍛伸材の長さ方向に圧縮して据え込み鍛造を行い、所定厚さの円盤状チタン材に加工する。次いで、加工された円盤状チタン材を半径方向へ均一に拡大させるために、対称軸圧延を実施して、さらに薄い円盤形状（例えば、厚さ25mm）に加工する。その後、機械切削して所定のス
5 パッタリング用ターゲットとして仕上加工が行われる。

チタン材の金属組織は、その温度環境に応じて、 α 相の稠密六方晶と β 相の体心立方晶に区分され、 α 相から β 相への変態は高温域にある β 変態点で行われる。ところで、その金属組織のうち体心立方晶は、稠密六方晶に較べて加工性は良好であるが、高温環境下では結晶粒の成長が著しくなる。そのため、スパッタリング用ターゲットのように、結晶粒の成長や再結晶を抑える必要がある部材の加工では、その加工温度を制御することが必要になる。特に、高純度チタンの結晶粒の成長は、高温環境下で一層顕著になるため、 β 変態点以下の加工が必要になる。したがって、上述のターゲットの製作過程での円柱状チタン材の鍛伸には、
10 ある程度の加工性を確保しつつ、結晶粒の成長を抑制するため、 β 変態点以下の温間鍛造が前提とされる。
15

図1は、素材インゴットを最終形状として円柱状に鍛伸する従来の温間鍛造の工程を説明する図である。同図に示すように、素材インゴット（例えば、730mmφインゴット）から仕上外径165mmφに至るまでの鍛伸は、4段階の工程に分けられる。従来の温間鍛造では、最終的に円柱状に鍛伸する場合でも、鍛造の中盤以降、例えば、第3の工程で175mm角に鍛伸するまで、平金型で角柱形状に鍛造している。

具体的な鍛造工程としては、素材インゴットを加熱炉で均一に加熱後、素材を平金型を使用して自由鍛造を施す。具体的な手段として上下方向からプレスを行い、90°または270°に素材を回転させ、上下方向からプレスを行うことを繰り返して、175mm角の中間素材を加工する。その後、中間素材の4頂点をそれぞれプレスして8角、さらに頂点を順次プレス

して16角、32角と順次円形に近づけていき、仕上外径165mmの円柱状鍛伸材に加工する。

前述の通り、スパッタリング用ターゲットを製作する場合には、最終形状の円柱状チタン材まで鍛伸されると、所定長さに切り出した後、長さ方向に据え込み鍛造が行われ、所定厚さの円盤状チタン材に加工される。しかしながら、図1に示す従来の温間鍛造で鍛伸する場合には、据え込み鍛造後のチタン材の断面が、円形に近似する形状にはならず、半径方向への変形が不揃いになる。

図2は、据え込み鍛造で半径方向の断面変形が不揃いになる例を示す図であり、(a)は角形形状に変形した場合を、(b)は楕円形状に変形した場合を示している。この場合には、(a)、(b)に示すように、据え込み鍛造後の断面に長径部 L_A と短径部 L_B とが現れ、その比(L_A/L_B)が1.0をはるかに超えるようになり、円形形状から大きく乖離し、据え込み鍛造性が悪化することになる。この傾向は、据え込み比が大きくなればなるほど顕著になる。

スパッタリング用ターゲットの製作において、据え込み鍛造されたチタン材は対称軸圧延で円盤形状に仕上げられるが、一旦、円形形状を損なったチタン材断面は、円盤形状に修正することは困難である。そこで、チタン材の断面が角形若しくは楕円形状のままでターゲット加工を行うと、最終製品までの加工ロスの発生が多大となり、製品歩留まりを著しく低下させることになる。

また、温間鍛造での円柱状鍛伸に際して、高速鍛造を採用する場合もある。特にチタン加工に関して、GFM高速鍛造機が開発されているが、この鍛造機では往復運動する4個のハンマーで4方向から同時に材料を鍛造し、ハンマーの前後に備え付けられたチャックヘッドによって、被鍛造材を回転させながら順次送り込む方式のものである。

ところが、このような高速鍛造を採用する場合には、ハンマー等の金

型から供給される加工力が素材中心まで十分に伝搬せず、素材表面が優先的に加工される傾向にある。このため、フィッシュテールとよばれる現象が顕著となったり、鍛伸材の加工組織も不均一になりやすく、断面の半径方向で結晶粒径のバラツキが大きくなる。このようなことから、
5 高速鍛造は、スパッタリング用ターゲットの加工手段としては採用することができない。

発明の開示

上述の通り、スパッタリング用ターゲットの加工に際し、図1に示す従来の温間鍛造での鍛伸工程を採用する場合には、最終製品までの加工ロスが多発し、製品歩留まりを低下させることになる。一方、高速鍛造を採用する場合には、ターゲットとして所定の品質が確保できないという問題がある。

本発明は、上述のスパッタリング用ターゲットの加工に供されるチタン材の鍛伸工程での問題点に鑑みてなされたものであり、最終の仕上外径での円柱状鍛伸に次いで実施される据え込み鍛造の際に、限りなく円形に近似した断面形状が確保できる、据え込み鍛造性に優れるチタン材を提供することを目的としている。

本発明者らは、上述の課題を解決するため、チタン材の温間鍛造に関して種々の検討を加えた結果、円柱状に鍛伸されたチタン材の据え込み鍛造性は、鍛伸材の結晶の配向性に大きく影響を受けることを明らかにした。言い換えると、温間鍛造時の加工条件（素材温度、加工方法）が結晶の配向性に大きく影響を及ぼし、その後の据え込み鍛造での断面形状の変形と密接な関係を有することになる。そして、鍛伸材の据え込み鍛造性を向上させるには、結晶の配向性分布に規則性を持たせることが必要であると同時に、鍛伸材の中心部から表層部に至る半径方向での結晶粒径のバラツキを少なくする必要があることを見出した。

鍛伸材の結晶の配向性を均一、かつ規則的にするには、温間鍛造での初期の加工段階から、最終的な鍛伸材の結晶の配向性を形成するように、加工方向や加工条件を配慮する必要がある。具体的には、温間鍛造の主要な段階において、鍛伸材の最終的な断面形状に相似する形状に加工するとともに、加工力を素材中心部に均一に伝搬するようにする。

これを達成するには、温間鍛造の開始から終了に至るまでの全段階で円柱鍛伸を実施すること、または最終形状として円柱状に仕上鍛伸する前に、少なくとも温間鍛造の初期段階で円柱鍛伸を実施することが有効である。さらに、温間鍛造の全段階で円柱鍛伸に近似する多角鍛造（例 10 えば、八角鍛造）を実施することによっても、所定の据え込み鍛造性を確保することができる。特に、温間鍛造の全段階、または少なくとも初期段階で円柱鍛伸を行う場合には、鍛造用工具として丸金型を用いるのが効果的である。

図3は、本発明で採用した丸金型の1例を示す図である。本発明の丸 15 金型は、橜円形状の穴型部を有する上下一対の金型から構成されており、この穴型部に加熱された素材を挿入して、自由鍛造であって上下方向から空気ハンマー、蒸気ハンマー、または液圧プレスによって加圧し、素材を長手方向に移動させながら均一に鍛伸していくことができる。本発明のチタン材は、図3に示す丸金型を用いることによって、最終形状に 20 相似する形状に加工できるとともに、加工力を素材中心部に均一に伝搬できるので、優れた据え込み鍛造性を発揮することができる。

本発明は、上記の知見に基づいて完成されたものであり、下記(1)のチタン材、および(2)のチタン材の製造方法を要旨としている。

(1) 温間鍛造で最終形状として円柱状に鍛伸されたチタン材であって、 25 その長さ方向に圧縮する据え込み鍛造を据え込み比2を行った場合に、鍛造後の断面の長径／短径比が1.10以下であることを特徴とする据え込み鍛造性に優れるチタン材である。

上記チタン材では、さらに据え込み鍛造を据え込み比4で行った場合に、鍛造後の断面の長径／短径比が1.05以下であるのが望ましい。

(2) 温間鍛造で最終形状として円柱状に仕上鍛伸するチタン材の製造方法であって、前記温間鍛造の全段階で円柱鍛伸を実施するか、または前記温間鍛造の初期段階で円柱鍛伸を実施することを特徴とする据え込み鍛造性に優れるチタン材の製造方法である。

上記製造方法では、温間鍛造が被鍛造材を300°C以上、 β 変態点以下の温度範囲に加熱して行われるようにするのが望ましい。さらに、温間鍛造での円柱鍛伸が丸金型を用いた自由鍛造で行われるのが望ましい。

また、上記(1)、(2)で対象とするチタン材は、その純度がガス不純物を除いて99.98%以上の高純度チタン材とするのが望ましい。

本発明において、据え込み鍛造性の判断基準を、据え込み比2で行った鍛造後の断面の長径／短径比が1.10以下に該当するか否かで判断している。発明者らの検討結果によれば、このような据え込み鍛造性が確保できれば、鍛伸材の形状に起因する、ターゲットの製品歩留まり低下を回避することができるからである。なお、ここで断面の長径／短径比とは、前記図2に示す据え込み鍛造後の断面における長径 L_A と短径 L_B とした場合の比(L_A/L_B)で表される。

通常、据え込み比が大きくなればなる程、長径／短径比が大きくなり、据え込み鍛造性が悪化する傾向にあるが、本発明では前提となる鍛造条件を据え込み比2として、基準の明確化を図っている。後述する実施例で示すように、基準となる長径／短径比である1.10以下を満足し、さらに据え込み比4の条件であっても、長径／短径比が1.05以下を満足するようになれば、一層据え込み鍛造性が確保できるのでさらに望ましい。

また、本発明のチタン材は、高純度チタン材を温間鍛造するものである。ここで、高純度チタン材の純度をガス不純物を除いて99.98%以上としているのは、スパッタリングターゲットとして用いられる場合に要求

される純度を想定しているためである。そして、温間鍛造での加熱温度を、 β 変態点（約880°C）以下としているのは、高純度チタンにおいては高温での結晶粒成長はさらに顕著になるので、結晶粒の成長を抑制するためである。また、加熱の下限を300°Cとしているのは、鍛造加工性を確保するためである。

図面の簡単な説明

図1は、素材インゴットを最終形状として円柱状に鍛伸する従来の温間鍛造の工程を説明する図である。

図2は、据え込み鍛造で半径方向の断面変形が不揃いになる例を示す図である。

図3は、本発明で採用した丸金型の1例を示す図である。

図4は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の全段階で円柱鍛伸を実施する工程を示す図である。

図5は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の主要な初期段階で円柱鍛伸を実施する工程を示す図である。

図6は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の全段階で多角鍛伸を実施する工程を示す図である。

図7は、実施例1でのX線透過による結晶（0002）面の極図形を示す図である。

図8は、比較例でのX線透過による結晶（0002）面の極図形を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

図4は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の全段階で円柱鍛伸を実施する工程を示す図である。同図に示すように、最終外径の鍛伸材を加工するまで4段階の円柱鍛造の工程に区分され、それぞれの円柱

鍛伸は、前記図3に示す丸金型を用いた自由鍛造によって行われる。しかし、前述の通り、高速鍛造では鍛伸材の加工組織が不均一になり易いため、本発明の鍛造方法として採用できない。

上記丸金型では上下の金型を組み合わされることによって、長径 D_A および短径 D_B の穴型部が形成される。しかし、丸金型の穴型部の形状によって、その金型で加工できる素材径と最終加工径が決定されるため、素材外径から最終仕上外径まで順次、丸金型を小径用に交換していく必要がある。

第1の工程では、出発素材として直径730mmのインゴットが使用され、温間鍛造のため加熱された後、丸金型を用いて590mmに鍛伸される。例えば、このとき使用される丸金型の穴型部は、 D_A 800mm、 D_B 590mm寸法のものが使用できる。

次に、第2の工程では、丸金型の穴型部を変更して、素材を380mmに鍛伸する。引き続いて第3の工程では、丸金型で280mmまで鍛伸する。その後、第4の工程では、丸金型にて最終仕上の165mmの鍛伸材まで鍛伸する。ここで、第1から第4の工程では、チタン材の温度が850~500°Cの範囲に維持されるように、各工程の間で加熱炉で適宜素材を加熱しながら鍛伸を行う。また、鍛伸が進むにつれてチタン材が長くなるため、作業をする上で取り扱いやすい長さに適宜切断しながら鍛伸を行う。

丸金型を用いる円柱鍛伸では、最終仕上の円柱状チタン材が優れた据え込み鍛造性を確保できるように、最終形状に相似する形状に加工するとともに、加工力を素材中心部に均一に伝搬できるようにする必要がある。このため、上下方向の1ストローク（プレス）当りの圧下量は、圧下前の素材直径に対して25%以下に限定する必要がある。これは、1ストローク（プレス）当りの圧下量が25%を超えると、加工力を均一に伝搬できなくなるからである。

図5は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の主要な初期段階

で円柱鍛伸を実施する工程を示す図である。具体的には、第1および第2の工程において温間加熱後に円柱鍛伸を前記図3に示す丸金型を用いて実施し、第1の工程で380mmφまで鍛伸し、第2の工程で270mmφまで鍛伸している。その後は第3の工程で、平金型を用いて四角鍛造を行つて、175mm角を鍛伸して、そののち、第4の工程では、丸金型にて最終仕上の165mmφ鍛伸材まで加工する。

鍛伸材の結晶配向性は初期の加工段階で形成されやすいため、最終仕上の円柱状チタン材で据え込み鍛造性を確保するには、温間鍛造の初期の加工段階において鍛伸材の結晶の配向性を均一、かつ規則的にすることが有効である。

本発明者らの検討によると、具体的な技術的根拠は見いだせないものの、鍛造開始から断面減少率が少なくとも70%、望ましくは80%に至る範囲を丸金型を用いた円柱鍛伸を実施することによって、充分な据え込み鍛造性が確保できることが明らかになる。例えば、鍛造開始から断面減少率が80%に至る範囲とは、出発素材を730mmφである場合には、約330mmφに鍛伸する鍛造加工量に相当するものである。

図6は、本発明のチタン材を加工するため温間鍛造の全段階で多角鍛伸を実施する工程を示す図である。同図では、多角鍛伸の例として八角鍛造の場合を示しているが、その他にも16角鍛造、32角鍛造も採用することができる。八角鍛造を行う場合も、最終外径の鍛伸材を加工するまでに、4段階の鍛造工程に区分される。

第1の工程では、出発素材として直径730mmφの溶解インゴットが使用され、温間加熱の後、平金型を用いて、90°または270°、さらに45°または135°に素材を回転させ380mm八角に鍛伸する。次に、第2の工程では、温間加熱された素材を270mm八角に鍛伸する。引き続いて第3の工程では、温間加熱後、平金型で175mm八角まで鍛伸する。そののち、第4の工程では、丸金型にて最終仕上の165mmφ鍛伸材まで加工する。

上記図4～6に示した温間鍛造のうち、いずれの鍛伸方法を採用しても、本発明が対象とする据え込み鍛造性に優れるチタン材を得ることができる。すなわち、最終外径までに鍛伸されたチタン材を、必要長さに切断して所定温度に加熱後、据え込み鍛造を行うと、鍛造後の断面の長径／短径比が1.10以下のほぼ円盤状のものが得られる。これを用いてターゲットを製造すると、その後の圧延、機械加工での加工ロスが著しく低減し、製品歩留まりを大幅に向上させることができる。

(実施例)

本発明のチタン材の特性を、高純度チタン材を用いた具体的な実施例に基づいて説明する。実施例に供したチタン材の純度は、いずれもガス不純物を除いて99.995%とした。

(実施例1)

図4に示す温間鍛造の工程によって、丸金型を用い円柱状のチタン材を鍛伸した。出発素材としては、VAR溶解インゴットで直径730mm ϕ × 長さ2500mmを使用した。第1の工程では、加熱炉で850°Cで均一加熱後、590mm ϕ に鍛伸し、第2の工程では380mm ϕ に鍛伸し、第3の工程では280mm ϕ に鍛伸した。次いで、第4の工程では、丸金型にて仕上外径である165mm ϕ まで鍛伸した。第1から第4の工程を通じて、素材温度が850～500°Cの温間加工が可能になるように、工程間で均一加熱を行った。鍛伸材は作業をする上で取り扱いやすい長さになるように、適宜切斷しながら鍛伸を行った。

仕上外径まで鍛伸されたチタン材は、所定の長さ（例えば、200mm）に切斷した後、加熱炉中にて600°Cで2時間加熱後、長さ方向に据え込み鍛造して、据え込み比2（鍛造後の長さ100mm）および据え込み比4（鍛造後の長さ50mm）の鍛造を行った。このときの据え込み鍛造性、すなわち、鍛造後の断面の長径／短径比の測定結果を後述する表2に示す。

また、仕上外径まで鍛伸されたチタン材は、X線透過による結晶（0

002) 面の極図形を評価した。実施例で採用されるX線透過法は、下記表1の条件に基づいて行った。

表1 X線透過法の条件

| |
|---|
| (1)試料採取部位 |
| 素材中心部から、厚さ1mmで50mm角の板材を採取する。 |
| (2)試料調整方法 |
| 化学研磨により、厚さを30~25μmまで調整する。 |
| (3)測定方法 |
| X線回析強度を測定して、(0002)、(10-10)の全極点図を作成する。 |
| (4)測定条件 |
| X線測定装置：理学電気製／X線回析装置(Ru-200B型) ターゲット：Co 電圧・電流：53kV・150mA |

実施例で判断する対象を「最密充填面に対して平行な(0002)

面」とした。これは、前述の通り、 β 変態点以下における α チタンは稠密六方晶構造であり、(0002)面を特定することにより、結晶の配向方向が判断できるからである。そのときの判断基準を「極図形が相対的に複数部に集中することなく同心円状であること」としている。これは、稠密六方晶構造のチタンは、変形の大部分が<11-20>方向のすべり変形であるため、C軸方向の変形はすべり系の活動によって得られないためである。(0002)面が複数部に集中している場合には、C軸方向に偏りがあることになるため、すべり変形の偏りによる変形が発生する。

したがって、実施例1におけるX線透過による結晶(0002)面の極図形を評価した結果を、図7および表2に示す。さらに、半径方向の結晶粒径の分布を、ASTM E-112切断法で測定し、その結果を表2に示す。

25 (実施例2)

図5に示す温間鍛造の工程によって、丸金型による円柱鍛伸と平金型による四角鍛伸とを組み合わせて、最終形状の円柱状チタンを加工した。

出発素材は実施例 1 の場合と同じであり、第 1 の工程では、加熱炉で 850°C で加熱後、丸金型を用いて 380mm のに鍛伸し、第 2 の工程では、丸金型を用いて 270mm のに鍛伸した。その後、第 3 の工程では平金型を用いて四角鍛造を行い、175mm 角を鍛伸した。次に、第 4 の工程では、丸金型 5 にて仕上外径である 165mm のまで鍛伸した。第 1 から第 4 の工程を通じて、素材温度が 850~500°C の温間加工が可能になるように、工程間で均一加熱を行った。また、鍛伸材は作業をする上で取り扱いやすい長さになるように、適宜切断しながら鍛伸を行った。

仕上外径まで鍛伸されたチタン材は、実施例 1 の場合と同様に、据え 10 込み比 2 および据え込み比 4 の鍛造を行ったときの断面の長径／短径比、X 線透過による結晶面の極図形評価、さらに、結晶粒径の分布を測定した。これらの結果は、後述する表 2 に示す。

(実施例 3)

図 6 に示す温間鍛造の工程によって、全段階で多角鍛伸を行い、最終 15 形状の円柱状チタンを加工した。出発素材は実施例 1 の場合と同じであり、第 1 の工程では、加熱炉で 850°C で加熱後、平金型を用いて 380mm 八角に鍛伸し、第 2 の工程では平金型を用いて 270mm 八角に鍛伸し、第 3 の工程では平金型で 175mm 八角に鍛伸した。第 4 の工程では、丸金型にて仕上外径である 165mm のまで鍛伸した。第 1 から第 4 の工程を通じて、素材 20 温度が 850~500°C の温間加工が可能になるように、工程間で均一加熱を行った。鍛伸材は作業をする上で取り扱いやすい長さになるように、適宜切断しながら鍛伸を行った。

仕上外径まで鍛伸されたチタン材は、実施例 1 の場合と同様に、据え 25 込み比 2 および据え込み比 4 の鍛造を行ったときの断面の長径／短径比、X 線透過による結晶面の極図形評価、さらに、結晶粒径の分布を測定した。これらの結果は、後述する表 2 に示す。

(比較例)

図 1 に示す温間鍛造の工程によって平金型で四角鍛造を行い、最終形状の円柱状チタンを加工した。出発素材は実施例 1 の場合と同様に、VA R 溶解インゴットで直径 730mm ϕ × 長さ 2500mm とした。第 1 の工程では、
5 加熱炉で 850°C で加熱後、360mm 角に鍛伸し、第 2 の工程では 250mm 角に鍛伸し、第 3 の工程では 175mm 角に鍛伸した。第 4 の工程では、丸金型にて仕上外径である 165mm ϕ まで鍛伸した。第 1 から第 4 の工程を通じて、素材温度が 850~500°C の温間加工が可能になるように、工程間で均一加熱を行った。鍛伸材は作業をする上で取り扱いやすい長さになるように、適宜切断しながら鍛伸を行った。

10 仕上外径まで鍛伸されたチタン材は、実施例 1 の場合と同様に、据え込み比 2 および据え込み比 4 の鍛造を行ったときの断面の長径／短径比の測定を実施するとともに、X 線透過による結晶面の極図形評価を行い、さらに結晶粒径の分布を測定した。これらの結果は、表 2 に示し、X 線透過による結晶面の極図形を図 8 に示す。

15

表 2 測定および評価結果

| 実施例 区分 | 鍛造断面の長径／短径比 | | X 線透过による 極図形評価 | *結晶粒度 ASTM E-112 |
|-----------|-------------|-------|-------------------|---------------------|
| | 据込比 2 | 据込比 4 | | |
| 1 実施例 1 | 1.02 | 1.03 | * ○ | 9 μm |
| 2 実施例 2 | 1.03 | 1.05 | ○ | 9 μm |
| 3 実施例 3 | 1.05 | 1.07 | ○ | 10 μm |
| 4 比較例 | 1.13 | 1.21 | * × | 13 μm |

*-1) X 線透過による評価のうち、実施例 1 および比較例の極図形を図 7、図 8 に示す。
*-2) 結晶粒度は粒径バラツキの標準偏差で示す。

(測定結果および評価結果の比較)

据え込み鍛造後の断面の長径／短径比を測定すると、比較例では据え込み比 2 であっても 1.13 であるに対し、実施例 1 ~ 3 のいずれであっても 1.10 以下を満足している。据え込み比 4 になると長径／短径比が増加する傾向であるが、優れた据え込み鍛造性であることが分かる。特に、

実施例 1、2 は、据え込み比 4 であっても 1.05 以下を満足している。

X 線透過による結晶面の極図形を評価した結果によれば、比較例では、図 8 に示すように、最密充填面に対して平行な (0 0 0 2) 面の配向性分布は局部的に偏った傾向が見られた。一方、実施例 1～3 では、最密充填面に対して平行な (0 0 0 2) 面の配向性分布は局部的に偏ることなく同心円上に分布していることを確認することができた。代表例として、図 7 に示すように、実施例 1 の極図形では、最密充填面に対して平行な (0 0 0 2) 面において相対的に複数部に集中することなく同心円状であることが分かる。

結晶粒径の測定結果によれば、実施例 1～3 では、チタン材の表層部と中心部との結晶粒径のバラツキは標準偏差 9～10 μm であるのに対し、比較例では結晶粒径のバラツキは標準偏差 13 μm と悪化していることが分かる。

上述の結果から明らかなように、実施例 1～3 によって加工された本発明のチタン材は、鍛伸材の全長、全面にわたって、均一な鍛造加工組織を有しており、優れた据え込み鍛造性を示すことができる。

産業上の利用の可能性

本発明のチタン材および製造方法によれば、円柱鍛伸材を周囲方向に何ら拘束することなく、長さ方向に据え込み鍛造を据え込み比 2 で行った場合でも、鍛造後の断面の長径／短径比が 1.10 以下の条件を満足し、優れた据え込み鍛造性を発揮することができる。これにより、円盤形状のスパッタ用ターゲットを製造する場合に、圧延および機械加工時の切削ロスを著しく低減し、製品歩留まりを大幅に向上させることができるので、高純度チタン材の電極材料として広範囲に利用することができる。

請求の範囲

1. 温間鍛造で最終形状として円柱状に鍛伸されたチタン材であって、その長さ方向に圧縮する据え込み鍛造を据え込み比2で行った場合に、鍛造後の断面の長径／短径比が1.10以下であることを特徴とする据え込み鍛造性に優れるチタン材。
- 5 2. さらに据え込み鍛造を据え込み比4で行った場合に、鍛造後の断面の長径／短径比が1.05以下であることを特徴とする請求項1に記載の据え込み鍛造性に優れるチタン材。
3. その純度がガス不純物を除いて99.98%以上であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の据え込み鍛造性に優れるチタン材。
- 10 4. 温間鍛造で最終形状として円柱状に仕上鍛伸するチタン材の製造方法であって、前記温間鍛造の全段階で円柱鍛伸を実施するか、または前記温間鍛造の初期段階で円柱鍛伸を実施することを特徴とする据え込み鍛造性に優れるチタン材の製造方法。
- 15 5. 被鍛造材の純度がガス不純物を除いて99.98%以上であることを特徴とする請求項4に記載の据え込み鍛造性に優れるチタン材の製造方法。
6. 上記温間鍛造が被鍛造材を300°C以上、β変態点以下の温度範囲に加熱して行われることを特徴とする請求項4または請求項5に記載の据え込み鍛造性に優るチタン材の製造方法。
- 20 7. 上記温間鍛造での円柱鍛伸が丸金型を用いた自由鍛造で行われることを特徴とする請求項4～請求項6のいずれかに記載の据え込み鍛造性に優るチタン材の製造方法。

図 1

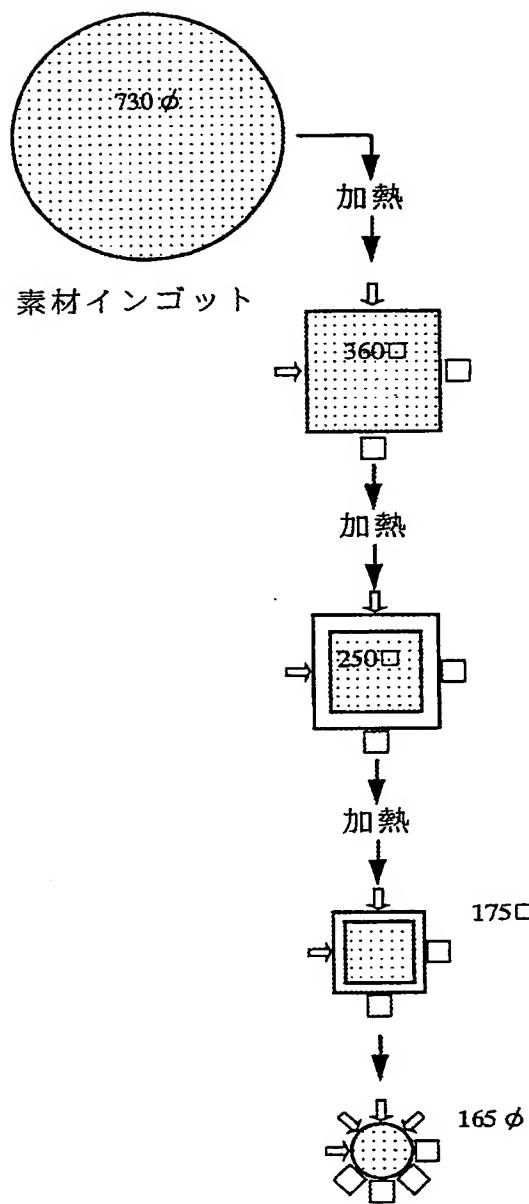


図 2

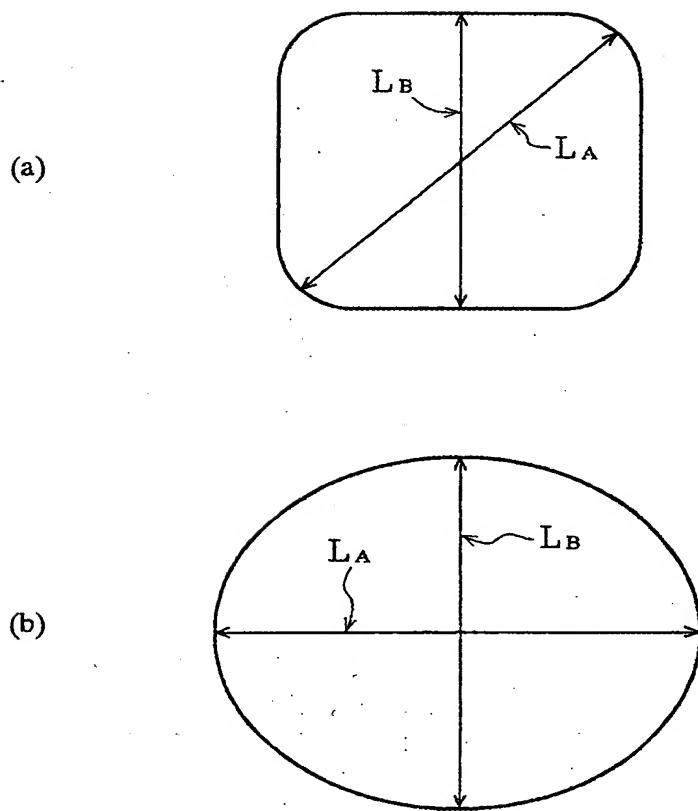


図 3

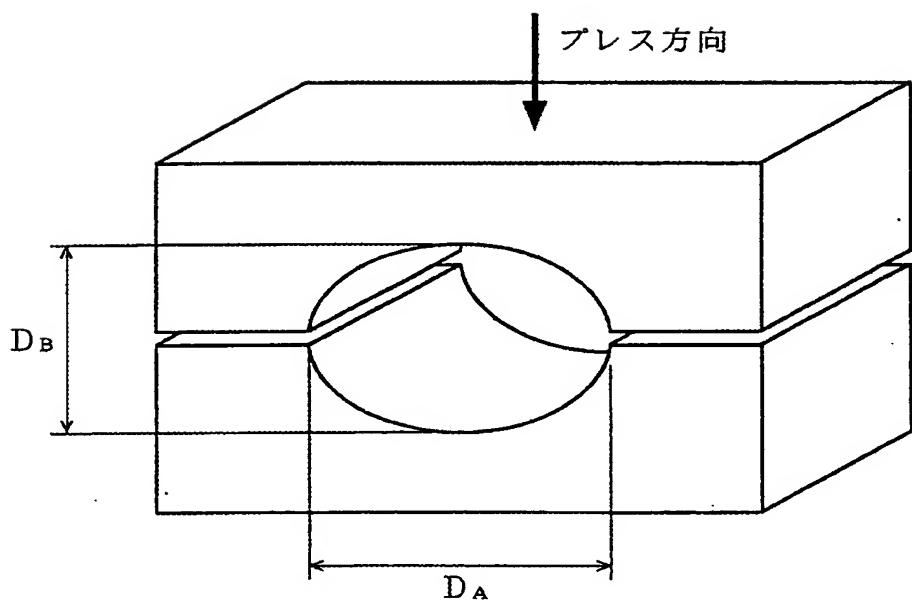


図 4

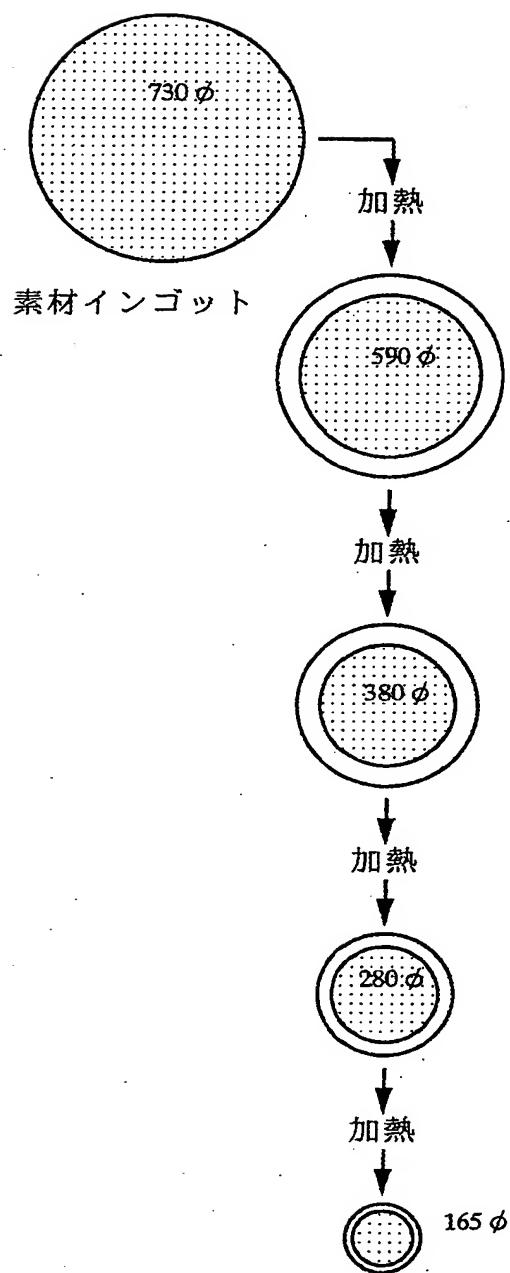


図 5

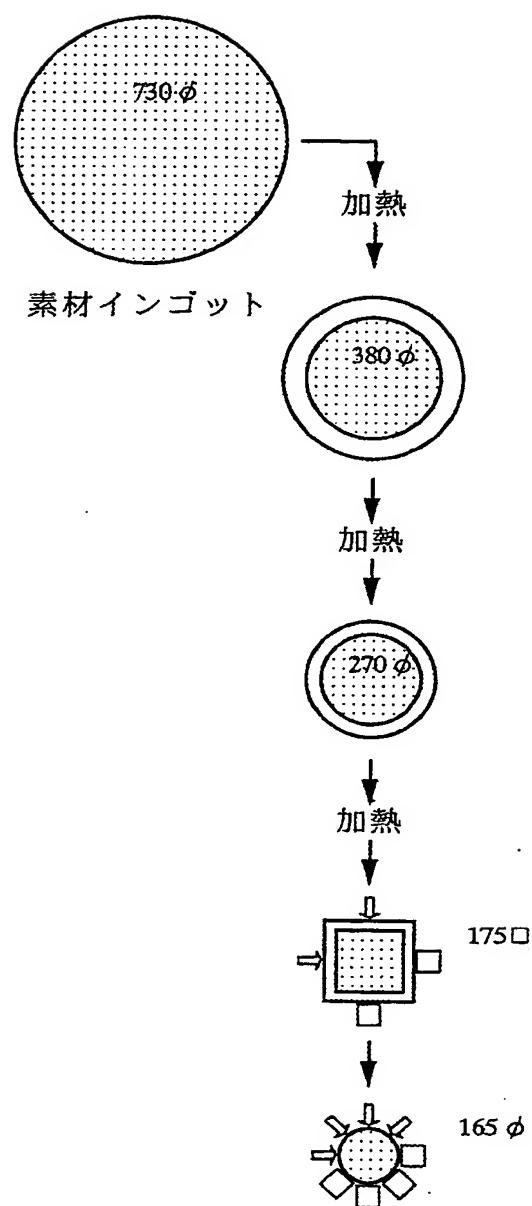


図 6

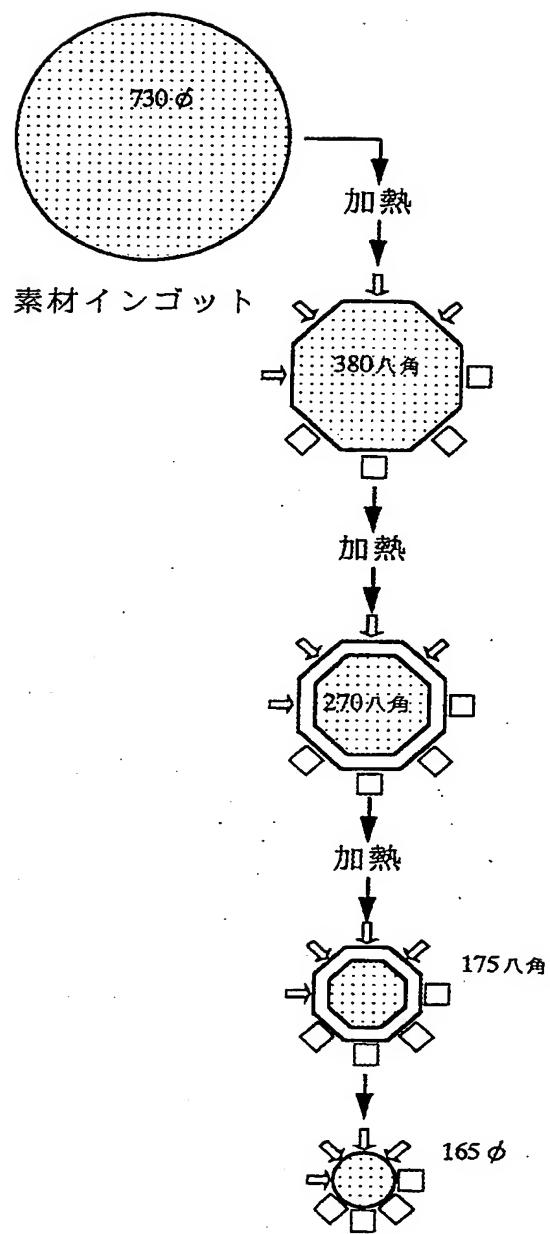


図 7

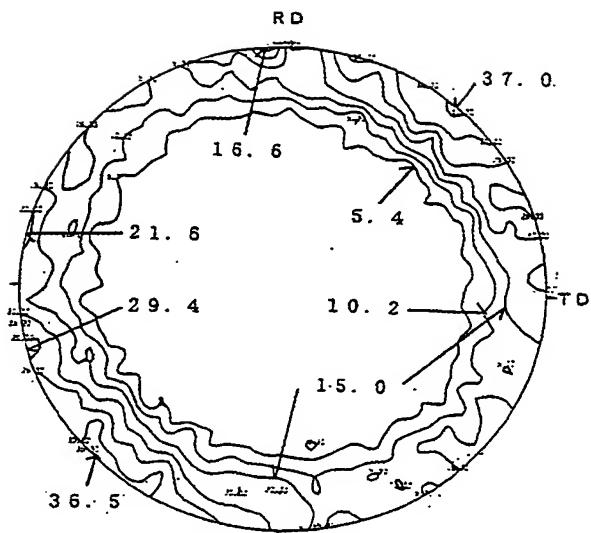
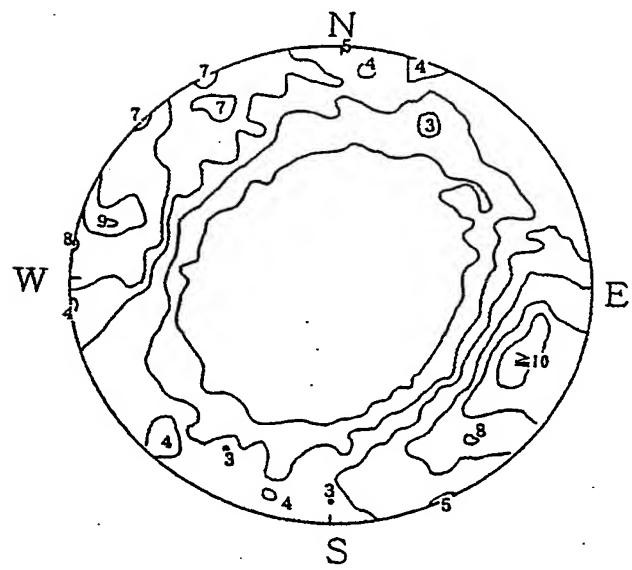


図 8



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05383

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 Int.Cl⁷ B21J 5/00, C22F 1/18, C23C 14/34

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B21J 1/00-13/14, 17/00-19/04, B21K 1/00-31/00,
 C22F 1/18, C23C 14/34

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
 Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| P | JP, 11-269621, A (TOHO TITANIUM CO., LTD.), 05 October, 1999 (05.10.99), Claims; Column 3, lines 39 to 45; Column 5, line 16 to Column 6, line 20 (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 8-232061, A (Sumitomo Sitix Corporation), 10 September, 1996 (10.09.96), Claims (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 8-81747, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 26 March, 1996 (26.03.96), Claims (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 5-237581, A (Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd.), 17 September, 1993 (17.09.93), Claims (Family: none) | 4, 7 |
| A | US, 5026520, A (Cooper Industries, Inc.), 25 June, 1991 (25.06.91) & JP, 3-140447, A & DE, 4023962, A | 1-7 |

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

| | | | |
|-----|---|-----|--|
| "A" | Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance | "T" | later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention |
| "E" | earlier document but published on or after the international filing date | "X" | document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone |
| "L" | document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) | "Y" | document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art |
| "O" | document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means | "&" | document member of the same patent family |
| "P" | document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | | |

| | |
|---|--|
| Date of the actual completion of the international search 08 November, 2000 (08.11.00) | Date of mailing of the international search report 21 November, 2000 (21.11.00) |
|---|--|

| | |
|--|--------------------|
| Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office | Authorized officer |
| Facsimile No. | Telephone No. |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/05383

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| A | JP, 62-72448, A (Nippon Steel Corporation, Nippon Chutanko K.K.), 03 April, 1987 (03.04.87), Claims (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 62-284053, A (Nippon Steel Corporation, Nippon Chutanko K.K.), 09 December, 1987 (09.12.87), Claims; Fig. 1, (b) (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 62-286639, A (Nippon Steel Corporation, Nippon Chutanko K.K.), 12 December, 1987 (12.12.87), Claims; Fig. 1 (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 62-286640, A (Nippon Steel Corporation, Nippon Chutanko K.K.), 12 December, 1987 (12.12.87), Claims; Fig. 1 (Family: none) | 1-7 |
| A | JP, 57-202935, A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 13 December, 1982 (13.12.82), Claims; Fig. 5 (Family: none) | 1-7 |

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
Int.Cl' B 21 J 5/00, C 22 F 1/18, C 23 C 14/34

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））
Int.Cl' B 21 J 1/00-13/14, 17/00-19/04, B 21 K 1/00-31/00,
C 22 F 1/18, C 23 C 14/34

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2000年
日本国実用新案登録公報 1996-2000年
日本国登録実用新案公報 1994-2000年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|----------------|---|------------------|
| P | J P, 11-269621, A (東邦チタニウム株式会社) 5. 10月. 1999 (05. 10. 99) 特許請求の範囲, 第3欄第 39~45行, 第5欄第16行~第6欄第20行 (ファミリーな し) | 1-7 |
| A | J P, 8-232061, A (住友シチックス株式会社) 10. 9月. 1996 (10. 09. 96) 特許請求の範囲 (ファミ リーなし) | 1-7 |
| A | J P, 8-81747, A (住友金属工業株式会社) 26. 3 | 1-7 |

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
もの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日
以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する
文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理
論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以
上の文献との、当業者にとって自明である組合せに
よって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08. 11. 00

国際調査報告の発送日

21.11.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

金澤 俊郎

印

3 P 8614

電話番号 03-3581-1101 内線 3363

| C(続き) . 関連すると認められる文献 | 引用文献の カテゴリーエ | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|----------------------|-----------------|---|------------------|
| | | 月. 1996 (26. 03. 96) 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | |
| A | | JP, 5-237581, A (石川島播磨重工業株式会社) 1 7. 9月. 1993 (17. 09. 93) 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 4, 7 |
| A | | U.S., 5026520, A (Cooper Industries, Inc.) 25. 6月. 1991 (25. 06. 91) & JP, 3-140447, A&DE, 4023962, A | 1-7 |
| A | | JP, 62-72448, A (新日本製鐵株式会社, 日本鎔鍛鋼株式会社) 3. 4月. 1987 (03. 04. 87) 特許請求の範囲 (ファミリーなし) | 1-7 |
| A | | JP, 62-284053, A (新日本製鐵株式会社, 日本鎔鍛鋼株式会社) 9. 12月. 1987 (09. 12. 87) 特許請求の範囲, 第1図 (b) (ファミリーなし) | 1-7 |
| A | | JP, 62-286639, A (新日本製鐵株式会社, 日本鎔鍛鋼株式会社) 12. 12月. 1987 (12. 12. 87) 特許請求の範囲, 第1図 (ファミリーなし) | 1-7 |
| A | | JP, 62-286640, A (新日本製鐵株式会社, 日本鎔鍛鋼株式会社) 12. 12月. 1987 (12. 12. 87) 特許請求の範囲, 第1図 (ファミリーなし) | 1-7 |
| A | | JP, 57-202935, A (住友金属工業株式会社) 13. 12月. 1982 (13. 12. 82) 特許請求の範囲, 第5図 (ファミリーなし) | 1-7 |